

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-140613

(43)Date of publication of application : 08.06.1993

(51)Int.Cl. B22F 3/10

B22F 3/14

C22C 1/04

C22C 27/04

(21)Application number : 03-306057

(71)Applicant : **NIPPON TUNGSTEN CO LTD**

(22)Date of filing : 21.11.1991

(72)Inventor : ITO HIROSHI
YAMAMOTO HIROSHI
NAKANO OSAMU

(54) PRODUCTION OF TUNGSTEN SINTERED BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for producing a tungsten sintered body having a relatively high sp.gr. by indirect heating at relatively low temp.

CONSTITUTION: A tungsten powder is press-formed, sintered to ≥ 17 sp.gr. in a nonoxidizing atmosphere and then subjected to HIP (hot hydrostatic pressing) to obtain the high-density sintered body having 98% relative density. The particle diameter of the tungsten powder to be used is preferably controlled to $0.5\text{--}1.5\text{ }\mu\text{m}$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.02.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3121400

[Date of registration] 20.10.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 18.03.2002

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3121400号

(P3121400)

(45) 発行日 平成12年12月25日 (2000. 12. 25)

(24) 登録日 平成12年10月20日 (2000. 10. 20)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I
B 2 2 F 3/10		B 2 2 F 3/10 F
3/15		3/15 M
C 2 2 C 1/04		C 2 2 C 1/04 D
27/04	1 0 1	27/04 1 0 1

請求項の数 1 (全 3 頁)

(21) 出願番号	特願平3-306057	(73) 特許権者	000229173 日本タングステン株式会社 福岡県福岡市博多区美野島 1 丁目 2 番 8 号
(22) 出願日	平成 3 年 11 月 21 日 (1991. 11. 21)	(72) 発明者	伊藤 博 福岡県福岡市南区清水 2 丁目 20 番 31 号 日本タングステン株式会社内
(65) 公開番号	特開平5-140613	(72) 発明者	山本 弘 福岡県福岡市南区清水 2 丁目 20 番 31 号 日本タングステン株式会社内
(43) 公開日	平成 5 年 6 月 8 日 (1993. 6. 8)	(72) 発明者	中野 修 福岡県福岡市南区清水 2 丁目 20 番 31 号 日本タングステン株式会社内
審査請求日	平成10年 2 月 20 日 (1998. 2. 20)	(74) 代理人	100105577 弁理士 堤 隆人 (外 1 名)
		審査官	山本 一正

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 タングステン焼結体の製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 $0.5 \mu\text{m}$ 以上 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の粒径であるタングステン粉末をプレス成形した後、非酸化性雰囲気において比重 1.7 以上まで焼結し、次いで HIP (熱間静水圧プレス) 処理を施すタングステン焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、るつぼ、パイプ、ブロック等の形状を有するタングステン焼結体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、 3410°C という高い融点を持つタングステンの焼結体は、所定の形状に成形したタングステン圧粉体を水素炉中で 1100°C ～ 1300°C に加熱

2

して予備焼結を行なった後、該予備焼結体の両端を電極でクランプし、水素雰囲気中で直接通電して 2700°C ～ 3000°C に加熱し焼結する通電加熱焼結法によって作られていた。

【0003】 しかしながら、このような方法においては、予備焼結体の両端をクランプし直接通電して全体を均一に発熱させる必要上、形状に制限があり、単純な棒状のものしか得られず、複雑な形状の焼結体が必要なときは、前記棒状の焼結体から切削加工等の方法により、所定の形状に切り出していた。このため製品歩留りが悪く、また多くの加工工数を必要とする等の問題があった。

【0004】 また、炉中で間接加熱により焼結体を得ようとする試みもあったが、この場合は、例えば 1700°C においては比重 1.4 ～ 1.5 程度の、また 2000°C に

においても比重1.6程度の焼結体しか得られず、焼結体はポーラスで脆いという問題があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような従来技術の問題を解決すべくなされたもので、比較的低い温度の間接加熱において比重の高い焼結体を得られるタングステン焼結体の製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、0.5 μm以下の粒径であるタングステン粉末をプレス成形した後、非酸化性雰囲気において比重1.7以上まで焼結し、次いでHIP（熱間静水圧プレス）処理を施すことを特徴とする。

【0007】本発明の実施に際し、プレス条件、焼結条件は特に規定されるものではない。一般には作業の容易さの点から、プレス圧力1～1.5 t/cm²、焼結温度1600～1700℃付近で行なうのが良い。温度1700℃以下であれば、モリブデン線をヒーターとした通常の電気炉を用いることができる。焼結時の雰囲気も非酸化性であれば特に限定されるべきものではないが、通常は水素雰囲気が用いられる。一般に他の雰囲気と比べ、水素雰囲気の方が比重の高い焼結体を得られ易い。これは粉末粒子表面の酸化皮膜が水素により還元されるためと考えられる。

【0008】

【作用】HIP処理前の焼結体の比重が1.7以上であれば、HIPに際し、キャニング等の前処理は不要である。また、焼結体の比重が1.7未満の時はHIPによる比重向上の効果が充分得られない。

【0009】比重1.7以上のタングステン焼結体はオープンポアーが少なく空孔が閉じられているため、HIP処理により緻密化が進み、相対密度98%以上の高密度*

* 焼結体を得られる。使用するタングステン粉末の平均粒子径が1.5 μm以下であれば、1700℃付近の通常の焼結で比重1.7以上の焼結体を得られ、HIP処理が可能となる。また平均粒子径0.5 μm以上のタングステン粉末を用いることにより圧粉体密度の低減を防ぎ、焼結時の収縮も比較的少なくすることができる。

【0010】

【実施例】図1に、プレス圧力1 t/cm²、焼結1700℃、10時間における粉末平均粒子径（d）とHIP前焼結体の比重（SG）の関係を示す。なお、平均粒子径はフィッシャーサブシーブサイズにより測定した。図1に示されるように、平均粒子径1.5 μm以下のとき、比重1.7以上の焼結体を得られる。

【0011】図2は、プレス圧力1 t/cm²、焼結1600℃、3時間における粉末平均粒子径（d）と焼結体の線収縮率（sr）の関係を示す。図から明らかなように、平均粒子径が0.5 μmより小さくなると圧粉体密度が小さくなり、焼結時の収縮率が30%を超え、焼結体の変形が大きくなる等の問題が生じた。

【0012】これにより、望ましい粉末の平均粒子径は0.5 μm以上1.5 μm以下であることが判る。いうまでもなく、変形等が問題にならない製品形状であれば、本発明の実施に際し0.5 μm未満のタングステン粉末を用いることは差し支えない。

【0013】平均粒径が、0.54 μmから1.09 μmのタングステン粉末5種類を、圧力1 t/cm²でプレスし、次いで水素中1600℃で3時間焼結した。この時の焼結体の比重はいずれも1.7以上であった。次にこの焼結体をアルゴン雰囲気中1460℃、1800気圧でHIP処理を行なった。結果を表1に示す。

【0014】

【表1】

粉末平均粒子径（μm）	0.54	0.68	0.81	0.95	1.09
焼結体比重	18.2	17.8	17.5	17.0	17.0
線収縮率（%）	28.7	24.7	22.7	19.8	16.1
HIP後比重	19.0	19.0	19.1	19.0	18.9

表1から明らかなようにHIP処理後の焼結体は比重1.8.8以上（相対密度98%以上）であった。

【0015】比較のために、平均粒子径3.37 μmの通常のタングステン粉末を同条件で焼結したところ、その密度は12.8と本発明の実施例と比較して低いものであった。

【0016】

【発明の効果】本発明によって以下の効果を奏する。

【0017】（1）通常のタングステン粉末を用い、しかも比較的低い温度で高密度のタングステン焼結体を得

られる。

【0018】（2）単純形状の焼結体は勿論、複雑な形状のタングステン焼結体の製造に適用でき、反応容器・放電電極あるいは各種機械部品の製造に好適である。

【0019】（3）製品形状に比較的近い形の焼結体の製作ができ、後加工が少なくすみ、製品歩留りも良い。

【図面の簡単な説明】

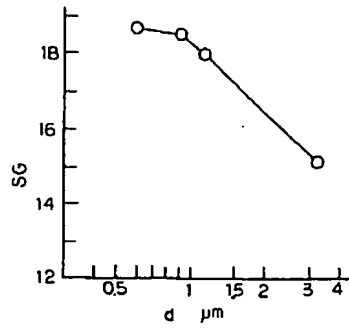
【図1】 1700℃、10時間焼結した時の粉末平均粒子径（d）と焼結比重（SG）の関係を示すグラフで

ある。

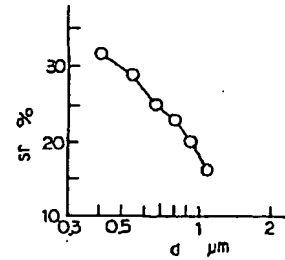
* 子径 (d) と焼結時の線収縮率 (s_r) の関係を示すグラフである。

【図2】 1600℃、3時間焼結した時の粉末平均粒*

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭49-119903 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B名)

B22F 3/10

B22F 3/15

C22C 1/04